

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 02143836
PUBLICATION DATE : 01-06-90

APPLICATION DATE : 26-11-88
APPLICATION NUMBER : 63299065

APPLICANT : TORAY IND INC;

INVENTOR : NAKAJIMA SHOJI;

INT.CL. : B29C 55/12 C08J 5/18 // B29K 67:00 B29L 7:00 B29L 9:00 C08L 67:02

TITLE : BIAXIALLY-ORIENTED POLYESTER FILM AND ITS MANUFACTURE

ABSTRACT : PURPOSE: To contrive improvements in scratch resistance and dubbing resistance, by a method wherein a surface roughness parameter is set so as to fall within a specific range.

CONSTITUTION: A surface roughness parameter R_t/R_a of at least one side is 8.0 or lower, in a film. A surface roughness parameter σ/H of the one side may be 0.8 or lower. It is preferable further that a total reflection Raman crystallizing index of the one side is at least 15cm^{-1} . Facial protrusions are formed at least on the one side of a biaxially-oriented polyester film like this through particles contained within polyester. It is preferable that the additive particles whose mean particle diameter is $0.02\text{-}1.0\mu\text{m}$ are added at the time of polymerization of the polyester, high-density master pellets are obtained and diluted at the time of film manufacturing. A range of 0.56-0.8 is preferable for intrinsic viscosity in this instance. It is effective to obtain the above- mentioned surface parameter that the obtainable polyester containing the particles is laminated at a thickness of $0.2\text{-}5\mu\text{m}$ on at least the one side of the polyester film and the product of a lengthwise and crosswise draw ratios is made at least 10 times.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-143836

⑮ Int. Cl.⁵
B 29 C 55/12
C 08 J 5/18
// B 29 K 67:00
B 29 L 7:00
9:00
C 08 L 67:02

識別記号

CFD

庁内整理番号

7446-4F
7310-4F

⑬ 公開 平成2年(1990)6月1日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑭ 発明の名称 二軸配向ポリエステルフィルム及びその製造方法

⑯ 特 願 昭63-299065

⑰ 出 願 昭63(1988)11月26日

⑱ 発 明 者 岡 崎 廠 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑲ 発 明 者 阿 部 晃 一 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑳ 発 明 者 中 島 彰 二 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

㉑ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明 細 書

1. 発明の名称

二軸配向ポリエステルフィルム及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 少なくとも片面の表面粗さパラメータ R_1/R_a が 8.0 以下であることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム。

(2) 少なくとも片面の表面粗さパラメータ σ/H が 0.8 以下であることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム。

(3) 少なくとも片面の全反射ラマン結晶化指数が 15% 以上であることを特徴とする請求項1又は2記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

(4) ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、平均粒径 $0.02 \sim 1.0 \mu m$ の粒子を含有する極限粘度が $0.56 \sim 0.8$ であるポリエステルを $0.2 \sim 5 \mu m$ 積層した後、縦横の延伸倍率の積が10倍以上となるように二軸延伸することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の二軸

配向ポリエステルフィルムの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、二軸配向ポリエステルフィルム及びその製造法に関するものである。

[従来の技術]

二軸配向ポリエステルフィルムとしては少なくとも片面の走行性が改良されたフィルムが知られている(例えば、特公昭63-18249号公報等)。

[発明が解決しようとする課題]

しかしながら、上記従来の二軸配向ポリエステルフィルムでは、例えば、磁気媒体用途における磁性層塗布、カレンダー工程、あるいは、できたビデオテープ等をダビングしてソフトテープ等を製造する工程等の工程速度の増大に伴い、接触するロールやガイドでフィルム表面に傷がつくという欠点があった。また、従来のものでは、上記ダビング時の画質低下のために、ビデオテープにした時の画質、すなわち、S/N(シグナル/ノイズ比)も不十分という欠点があった。本発明はか

かる課題を解決し、特に高速工程でフィルムに傷がつきにくく（以下耐スクラッチ性に優れるという）、しかもダビング時の画質低下の少ない（以下耐ダビング性に優れるという）二軸配向ポリエステルフィルム及びその製造方法を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、(1) 少なくとも片面の表面粗さパラメータ R_1/R_2 が 8.0 以下であることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム、(2) 少なくとも片面の表面粗さパラメータ σ/H が 0.8 以下であることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム、(3) 少なくとも片面の全反射ラマン結晶化指数が 15 cm^{-1} 以上であることを特徴とする上記 (1) 又は (2) に記載の二軸配向ポリエステルフィルム、(4) ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、平均粒径 $0.02 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の粒子を含有する極限粘度が $0.56 \sim 0.8$ であるポリエステルを $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ 積層した後、縦横の延伸倍率の積が 10 倍以上となるよう

に二軸延伸することを特徴とする上記 (1) ～

(3) のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルムの製造方法に関するものである。

本発明におけるポリエステルは、芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、芳香族または脂肪族ジオールを主たるグリコール成分とするポリエステルである。フィルム成形性を有するものであれば特に限定されないが、エチレンテレフタレート、エチレン- α , β -ビス(2-クロロフェノキシ)エタン-4, 4'-ジカルボキシレート、エチレン-2, 6-ナフタレート単位を主要構成成分とするのが望ましい。但し、本発明を阻害しない範囲内、好ましくは 15 モル% 以内であれば他成分が共重合されていてもよい。また、エチレンテレフタレートを主要構成成分とするポリエステルの場合に、耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムの少なくともその片面は、ポリエステル中に含有される粒子により表面突起が形成されている。本

発明で用いられる粒子は相対標準偏差が 0.5 以下、好ましくは 0.4 以下の場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となるので極めて望ましい。さらに、粒子の形状は球形である場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となるので極めて望ましい。粒子としては、ポリエステルに対し不活性なものであれば、その種類は特に限定されないが、コロイダルシリカに起因するシリカ、有機高分子粒子、特に高分子架橋重合体粒子、例えば架橋球状スチレン-ジビニルベンゼン共重合体粒子が望ましい。また、その表面は表面改質がなされていてもよい。

添加粒子の平均粒径は特に限定されないが、 $0.02 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.02 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となるので望ましい。本発明の粒子の含有量は 0.3 ～ 50 重量%、好ましくは 0.5 ～ 30 重量%、さらに好ましくは 0.8 ～ 20 重量% の場合に本発明の表面形態を得るのに有効である。

本発明のフィルムは、上記組成物を主要成分とするが、本発明の目的を阻害しない範囲内で、他種ポリマをブレンドしてもよいし、また酸化防止剤、熱安定剤、滑剤、紫外線吸収剤、核生成剤等の無機または有機添加剤が、通常添加される程度添加されていてもよい。本発明は上記組成物を二軸配向せしめたフィルムであって、その配向の程度を示す厚さ方向の屈折率比は特に限定されないが、 $0.935 \sim 0.970$ の範囲である場合に、耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。さらに、ガラス転移点 T_g と冷結晶化温度 T_{cc} との差 $\Delta T_{cg} (= T_{cc} - T_g)$ が $30 \sim 120^\circ\text{C}$ である場合に、耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。

本発明 (1) のフィルムは耐スクラッチ性、耐ダビング性の点で、少なくとも片面の表面粗さパラメータ R_1/R_2 が 8.0 以下であることが必要である。より好ましくは、 R_1/R_2 が 7.5 以下、さらに好ましくは R_1/R_2 が 7.0 以下

である。 R_1/R_2 の下限はおよそ 4.0 が製造上の限界である。

本発明(2)のフィルムは耐スクラッチ性、耐ダビング性の点で、少なくとも片面の表面粗さパラメータ σ/H が 0.8 以下であることが必要である。より好ましくは σ/H が 0.7 以下、さらに好ましくは σ/H が 0.6 以下である。 σ/H の下限はおよそ 0.01 が製造上の限界である。

さらに、本発明のフィルムは耐スクラッチ性、耐ダビング性の点で、少なくとも片面の全反射ラマン結晶化指数が 15 cm^{-1} 以上であることが望ましい。より望ましくは全反射ラマン結晶化指数が 17 cm^{-1} 以上、さらに望ましくは全反射ラマン結晶化指数が 18 cm^{-1} 以上である。全反射ラマン結晶化指数がおよそ 25 cm^{-1} が製造上の限界である。

本発明のフィルムのヤング率は特に限定されないが、長手方向、幅方向のヤング率が共に 400 kg/mm^2 以上である場合に耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。さらに、幅方向のヤング率が長手方向のヤング率より 100 kg/mm^2

mm^2 以上高い場合に耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。また、本発明のフィルムは、表面突起数 $N(1/\text{mm}^2)$ 、粒子含有量 $C(\%)$ 、及び粒子径 $D(\text{nm})$ から得られる値 ND^3/C が 4×10^{13} 以上、好ましくは 7×10^{13} 以上、さらに好ましくは 10×10^{13} 以上の場合に耐ダビング性がより一層良好となるので特に望ましい。

次に、本発明のフィルムの製造方法について述べる。

本発明フィルムのポリエステルは、直接エステル化を経る重縮合を行なって、あるいはエステル交換反応を経る重縮合を行なって得られる。粒子をポリマに添加する方法としては、重合時に添加する方法を用いることができる。粒子の含有量を調節する方法として、高濃度のマスタベレット、好ましくは 3~50 重量%の粒子濃度のマスタベレットを製膜時に希釈するマスタベレット法が好ましい。この場合の極限粘度は 0.56~0.8 の範囲が望ましい。さらに、マスタベレットの極限粘度、共重合成分を調整して、 ΔT_{cg} を 70~

100°C の範囲とし、かつ、該マスタポリマを実質的に粒子を含有しないポリエステルで希釈する時、該マスタポリマの ΔT_{cg1} と実質的に粒子を含有しないポリエステルの ΔT_{cg0} との差 ($\Delta T_{cg} = \Delta T_{cg0} - \Delta T_{cg1}$) を 10°C 以下、好ましくは 5°C 以下にしておくことは、本発明の表面パラメータを得るのに極めて有効である。その場合、添加粒子の平均粒径は、延伸後の積層部厚さの 0.1~20 倍、さらに 0.2~10 倍が望ましい。

上記で得られた粒子含有ポリエステルを、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に 0.2~5 μm 積層するのが、本発明の表面パラメータを得るのに極めて有効である。つまり、粒子含有ポリエステル A とポリエステル B を異なる溶融押出し機に供給し、それらをポリマ流路の断面形状を矩形としたピノール、フィードブロックを通し、スリット状の口金からシート状に吐出し冷却固化せしめて未延伸フィルムを作る。この場合、未延伸フィルムに押出し成形する時の、口金スリット間

隙/未延伸フィルム厚さの比を 5~30、好ましくは 8~20 の範囲にするのが本発明範囲の表面パラメータを得るのに極めて有効である。その場合、積層部の厚さは 0.2~5 μm 、さらに 0.2~3 μm が望ましい。

次に、この未延伸フィルムを二軸延伸し配向させることにより、本発明のフィルムは積層部も二軸延伸される。延伸方法としては、逐次二軸延伸法、または同時二軸延伸法を用いることができる。この場合の延伸条件としては、まず長手方向に 3~5 倍、次に幅方向に 3~5 倍延伸を行ない、縦横の延伸倍率の積が 10 倍以上とするのが本発明の表面パラメータを得るのに有効である。長手方向の延伸において、ロール間で機械的にニップするのではなく、静電的にニップする方法を用いるのが本発明の表面パラメータを得るのに特に有効である。延伸温度は $T_g \sim T_g + 20^\circ\text{C}$ の範囲が本発明の表面パラメータを得るのに有効である。長手方向延伸の後、幅方向に延伸を行ない、さらに必要に応じて、長手方向の再延伸を行なう方法

を用いることができるが、その場合においてもロール間で機械的にニップするのではなく、静電的にニップする方法を用いるのが本発明の表面パラメータを得るのに特に有効である。次に、延伸フィルムを熱処理する。その時の熱処理条件としては、温度180～230℃、好ましくは190～220℃の範囲で、0.5～60秒間熱処理する方法が一般的である。

【特性の測定方法並びに効果の評価方法】

本発明の特性値の測定方法、並びに効果の評価方法は次のとおりである。

(1) 粒子の平均粒径、粒径の相対標準偏差

粒子含有フィルムをエッチング処理し、粒子表面層ポリマを除去した後、粒子を露出させ、走査型電子顕微鏡下2万倍で観察し粒子径 D_i を測定した。粒径の相対標準偏差は平均粒径 D 、粒子数 N から計算される標準偏差 σ ($=\sqrt{(\sum (D_i - D)^2 / N)}$) を平均粒径 D で割った値 (σ / D) で定義した。

(2) 粒子含有量

トワルド粘度計を用いて測定した。

(4) ガラス転移点 T_g 、冷結晶化温度 T_{cc}

DSC (示差走査熱量計) を用いて測定した。測定条件は次のとおりである。すなわち、試料10mgをDSC装置にセットし、300℃の温度で5分間溶融した後、液体窒素中に急冷する。この急冷試料を1.0℃/minで昇温し、ガラス転移点 T_g を検知した。さらに昇温を続け、ガラス状態からの結晶化発熱ピーク温度をもって冷結晶化温度 T_{cc} とした。

(5) 表面粗さパラメータ R_a 、 R_l

小坂研究所製の高精度薄膜段差測定器ET-10を用いて測定した。 R_a は中心線平均粗さ、 R_l は最大高さで粗さ曲線の最大の山と最深の谷の距離で表す。測定条件は下記のとおりであり、20回の測定の平均値をもって値とした。

- ・触針先端半径: 0.5 μ m
- ・触針荷重: 5mg
- ・測定長: 1mm
- ・カットオフ値: 0.08mm

ポリエステルに、該ポリエステルを溶解し含有粒子を溶解しない溶媒を加え加熱した後、日立工機製超遠心機55P-72を用い遠心分離を行ない、得られた粒子を真空乾燥する。その粒子をDSC (示差走査熱量計) にて測定した時、ポリマに相当する溶解ピークが認められる場合にはさらに溶媒を加え、加熱後再び遠心分離操作を行なう。溶解ピークが認められなくなった時、粒子を析出粒子とする。通常遠心分離操作は2回で足りる。かくして分離された粒子の全重量に対する比率 (重量%) をもって含有量とする。

(3) 固有粘度 $[\eta]$ (単位はdl/g)

o-クロロフェノール中、25℃で測定した溶液粘度から下記式で計算される値を用いる。すなわち、

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + K[\eta]^2 \cdot C$$

ここで $\eta_{sp} = (\text{溶液粘度} / \text{溶媒粘度}) - 1$ 、 C は溶媒100mlあたりの溶解ポリマ重量 (g/100ml、通常1.2)、 K はハギンス定数 (0.343とする)。また、溶液粘度、溶媒粘度はオス

なお、各パラメータの定義の詳細は、たとえば、奈良治郎著「表面粗さの測定・評価法」(総合技術センター、1983)に示されている。

(6) 表面粗さパラメータ σ 、 H

上記(5)と同様にしてフィルム表面粗さ曲線について中心線方向を x 軸、それに直交する高さ方向を y 軸として、表面粗さ曲線 y の極小値 y_{i1} と最も隣合う極大値 y_{i2} の差 $y_{i2} - y_{i1}$ を突起高さ H_i と定義した。但し、突起高さ H_i は3mm以上とした。表面粗さパラメータ σ 、 H はこの突起について次式で定義される。

$$H = \sum_{i=1}^N H_i / N$$

$$\sigma = \sqrt{(\sum_{i=1}^N (H_i - H)^2 / N)}$$

(7) ヤング率

JIS-Z-1702に準拠し、インストロンタイプ5の引っ張り試験機を用いて、25℃相対湿度65%にて測定した。

(8) 屈折率、屈折率比

ナトリウムD線(波長589nm)を光源としてアッペ屈折率計を用いて20℃、相対湿度60%にて測定した。なお、マウント液にはイオウ・ヨウ化メチレン溶液を用いた。また、二軸配向フィルムの厚さ方向の屈折率(Aとする)及び溶融プレス後10℃の水中へ急冷して作った無配向(アモルファス)フィルムの厚さ方向の屈折率(Bとする)を測定し、A/Bをもって厚さ方向の屈折率比とした。

(9) 表面の全反射ラマン結晶化指数

Jobin-Yvon社製Ramanor U-1000 ラマンシステムにより、全反射ラマンスペクトルを測定し、カルボニル基の伸縮振動である1730 cm^{-1} の半価幅をもって表面の全反射ラマン結晶化指数とした。測定深さは表面から500~1,000Åであり、測定条件は次のとおりである。

①光源

アルゴンイオンレーザー(5145 cm^{-1})

②試料のセッティング

で48時間キュアリングする。そのテープ原反を1/2インチにスリットし、パンケーキを作成した。このパンケーキから長さ250mmの長さをVTRカセットに組み込みVTRカセットテープとした。

(磁性塗料の組成)

	重量部
・C ₆₀ 含有酸化鉄(BET値50 m^2/g)	100
・塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体	10
・ポリウレタンエラストマ	10
・ポリイソシアネート	5
・レシチン	1
・メチルエチルケトン	75
・メチルイソブチルケトン	75
・トルエン	75
・カーボンブラック	2
・ラウリン酸	1.5

このテープに家庭用VTRを用いてシバツク製のテレビ試験波形発生器(TG7/U706)により100%クロマ信号を記録し、その再生信号からシバツク製カラービデオノイズ測定器(92

レーザー偏光方向(S偏光)とフィルム長手方向が平行となるようにフィルム表面を全反射プリズムに圧着させ、レーザーのプリズムへの入射角(フィルム厚さ方向との角度)は60°とした。

③検出器

PM: RCA31034/Photon Counting System(Hamamatsu C1230) (Supply 1,600V)

④測定条件

SLIT	1,000 μm
LASER	100mW
GATE TIME	1.0sec
SCAN SPEED	12 $\text{cm}^{-1}/\text{min}$
SAMPLING INTERVAL	0.2 cm^{-1}
REPEAT TIME	6

(10) 耐ダビング性

フィルムに下記組成の磁性塗料をグラビヤロールにより塗布し、磁気配向させ乾燥させる。さらに、小型テストカレンダー装置(スチールロール/ナイロンロール、5段)で、温度:70℃、線圧:200 kg/cm でカレンダー処理した後、70

5D/1)でクロマS/Nを測定しAとした。また上記と同じ信号を記録したテープのパンケーキを磁界転写方式のビデオソフト高速プリントシステム(例えばソニーマグネスケール脚製のスプリンタ)を用いて同じ種類のテープ(未記録)のパンケーキへダビングした後のテープのクロマS/Nを上記と同様にして測定し、Bとした。このダビングによるクロマS/Nの低下(A-B)が4.0dB未満の場合は耐ダビング性良好、4.0dB以上の場合は耐ダビング性不良と判定した。

(11) 耐スクラッチ性

20℃相対湿度60%の雰囲気下で、外径6mmの固定軸(表面粗度0.25)に1/2インチ幅のテープ状フィルムを角度 $\theta = \pi \text{ rad}$ で接触させ、入テンション25gで速度500 m/min (=833 cm/s)で100回走行させた後のフィルム表面をアルミ蒸着して、スクラッチ傷の本数、幅の大きさ及び白粉の発生状態を微分干渉顕微鏡で観察した。全くスクラッチ傷が見られずかつ白粉の発生のないものを耐スクラッチ性:5、スクラ

ッチ傷が3本/cm未満でかつ白粉の発生がほとんどないものを耐スクラッチ性：4、スクラッチ傷が3～10本/cmで幅の大きいものもあり、かつ白粉がかなり発生しているものを耐スクラッチ性3、スクラッチ傷が10本/cm以上で幅も大きくかつ白粉が著しく発生しているものを耐スクラッチ性：2、それ以外を耐スクラッチ性：1と判定した。耐スクラッチ性が5または4であれば実用上問題なく使用できる。

[実施例]

本発明を実施例、比較例に基づいて説明する。

実施例1

粒子として、平均粒径 $0.3\mu\text{m}$ のコロイダルシリカを含有するエチレングリコールスラリーを調製した。このスラリーを常法によりエステル交換反応を行ない重合して、粒子を20重量%含有する極限粘度 0.66 のポリエチレンテレフタレート粒子マスタベレットを得た。次いで、これを実質的に粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートベレットと混合し、粒子の含有量が6重

量%とした（ポリエステルA）。また、常法によって、極限粘度 0.62 の実質的に粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートを得た（ポリエステルB）。これらの2種類のポリマをそれぞれ 180°C で6時間真空乾燥した後、ポリエステルAを押出機1に供給し、ポリエステルBを押出機2に供給し、角型ビノールで合流させ、角型フィードブロックを経由し、T型口金からシート状に吐出し、冷却固化せしめて3層構造の未延伸フィルムを作った。この時、それぞれの押出機の吐出量を調節し全厚さ及びポリエステル層Aの厚さを調節した。また、口金スリット間隙/未延伸フィルム厚さの比は1.0とした。この未延伸シートを長手方向に静電気的なニップにより 85°C で4.0倍延伸した。延伸速度の平均は $12,000\%/min$ であった。この一軸延伸フィルムをステンタを用いて延伸速度 $4,500\%/min$ 、 100°C で幅方向に4.5倍延伸した。次いで、このフィルムを冷却することなく、そのまま熱処理ゾーンへ導き、 210°C で10秒間熱固定し、全厚さ $15\mu\text{m}$ 、ポリエ

ステル層厚さ $0.1\mu\text{m}$ の二軸配向積層フィルムを得た。

実施例2～5

実施例1の諸条件の中で、添加する粒子の種類、平均粒径、添加量及び積層厚さ、延伸条件、処理条件を種々変更することにより、特性の異なるサンプルを作った。

これらのフィルムの評価結果をまとめて第1～2表に示した。それらから、フィルムの表面パラメータが本発明範囲内の場合には耐スクラッチ性、耐ダビング性を両立するフィルムが得られることがわかる。

比較例1

粒子として、平均粒径 $0.8\mu\text{m}$ の炭酸カルシウムを含有するエチレングリコールスラリーを調製した。そのスラリーを常法によりエステル交換反応を行ない重合して、粒子を10重量%含有する極限粘度 0.52 のポリエチレンテレフタレート粒子マスタベレットを得た。これを実質的に粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートと

混合し、粒子の含有量が6重量%となるようにし 180°C 、6時間真空乾燥した後、押出し機に供給して 280°C で熔融押出し、フィルターを経由してT型口金からシート状に吐出した。この熔融シートを表面温度 55°C の冷却ドラムに巻き付けて、冷却固化せしめて未延伸シートを作った。

この未延伸シートを長手方向に 85°C で3.4倍延伸した。この延伸はロール間の周速差で行なった。延伸速度の平均は $10,000\%/min$ であった。この一軸延伸フィルムをステンタを用いて延伸速度 $1,000\%/min$ 、 100°C で幅方向に3.6倍延伸した。次いで、このフィルムを冷却することなく、そのまま熱処理ゾーンへ導き、 210°C で10秒間熱固定し厚さ $15\mu\text{m}$ の二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

比較例2、4、5

比較例1の諸条件の中で、添加する粒子の種類、平均粒径、添加量及び延伸条件、処理条件を変更することにより、特性の異なるサンプルを作った。

比較例3

常法によりエステル交換反応を行ない重合して、極限粘度0.62の実質的に粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートを得た。このポリマを180℃で6時間真空乾燥した後、押出し機に供給し、T型口金からシート状に吐出した。この熔融シートを表面温度52℃の冷却ドラムに巻き付けて、冷却固化せしめて未延伸フィルムを作った。この未延伸シートを長手方向に85℃で3.6倍延伸した。その後、平均粒径0.3 μ mのコロイダルシリカを塗布厚が0.3 μ mとなるように、水溶性ポリエステルバインダーとともに上記一軸延伸フィルムに塗布した。このコーティングされた一軸延伸フィルムをステントを用いて延伸速度3,000%/min、100℃で幅方向に3.8倍延伸した。次いで、このフィルムを冷却することなく、そのまま熱処理ゾーンへ導き、210℃で10秒間熱固定し、全厚さ15 μ mの二軸配向コーティングフィルムを得た。

比較例6

比較例3の諸条件の中で、添加する粒子の種類、

平均粒径、添加量、バインダーの種類及び延伸条件、処理条件を変更することにより、特性の異なるサンプルを作った。

これらのフィルムの評価結果をまとめて第1～2表に示した。それらから、フィルムの表面パラメータが本発明範囲内でない場合は耐スクラッチ性、耐ダビング性を両立するフィルムが得られないことがわかる。

第1表

	粒子種	粒 径 (μ m)	R ₁ /R ₂	結晶化度 (%)	ヤ シ ン グ 係 数		耐スクラッチ性	耐ダビング性
					長手方向 (kg/cm ²)	幅方向 (kg/cm ²)		
実施例1	シリカ	0.3	5.7	18	460	580	5	良好 (L 540)
実施例2	シリカ	0.5	7.2	15	400	620	5	良好 (L 540)
実施例3	Si478 共重合	0.5	6.9	14	450	480	5	良好 (L 540)
比較例1	炭酸カルシウム	0.8	12.4	12	410	480	1	不良 (L 140)
比較例2	カオリン	0.6	10.5	13	430	460	1	不良 (L 140)
比較例3	シリカ	0.3	11.3	10	780	360	2	不良 (L 140)

注: Si478 共重合=スチレンジビニルベンゼン共重合体粒子

第2表

	粒子種	粒 径 (μ m)	o/H	結晶化度 (%)	ヤ シ ン グ 係 数		耐スクラッチ性	耐ダビング性
					長手方向 (kg/cm ²)	幅方向 (kg/cm ²)		
実施例4	Si478 共重合	0.3	0.62	18	440	520	4	良好 (L 540)
実施例5	シリカ	0.45	0.75	17	490	620	4	良好 (L 540)
比較例4	炭酸カルシウム	0.5	0.87	13	560	470	1	不良 (L 140)
比較例5	シリカ	0.8	0.95	11	390	620	1	不良 (L 540)
比較例6	酸化チタン	0.3	1.10	11	450	450	2	不良 (L 140)

〔発明の効果〕

本発明は表面粗さパラメータを特定範囲としたので、耐スクラッチ性、耐ダビング性に優れたフィルムが得られた。これはさらにまた、今後の磁気記録媒体の高品質化のための耐摩耗性、高出力化にも対応できるものである。

本発明のフィルムは、その片面または両面に磁性層を設けることによって各種の磁気記録媒体、例えばビデオテープ、オーディオテープ、フロッピーディスク等に加工されて利用される。なお、本発明のフィルムの用途は磁気記録媒体用として有用であるがその他、例えばグラフィック、スタンピングフォイル、電気絶縁材料、コンデンサ用誘電体、包装用等でも耐摩耗性、平滑性が問題となる用途では、有効に利用され得るものである。

特許出願人 東 レ 株 式 会 社